

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-119840

(43)Date of publication of application : 25.04.2000

(51)Int.Cl.

C23C 14/00

C23C 14/34

C23C 16/44

(21)Application number : 10-287814

(71)Applicant : KYODO INTERNATIONAL KK

(22)Date of filing : 09.10.1998

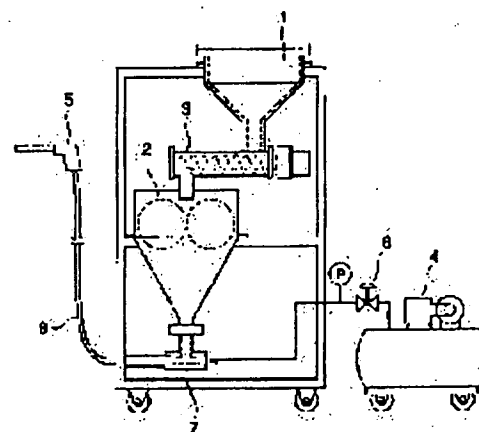
(72)Inventor : MIURA TOMONORI  
YUGAWA HIROYUKI  
MURAMATSU AKIO

(54) CLEANING METHOD OF FILM-FORMING DEVICE, CLEANING METHOD OF SPUTTERING TARGET AND CLEANING DEVICE USED THEREFOR

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a dry-type means for efficiently cleaning dirt adhered to the inner wall of a chamber of a film forming device, its parts or the surface of a sputtering target without damaging an object.

SOLUTION: A cleaning method of a film forming device or a sputtering target is provided with a process to manufacture dry ice powder of  $\leq 0.5$  mm in grain size by pulverizing dry ice pellets to be fed from a cold insulation container 1 at a specified speed by a pulverizer 2, and a process for blowing the dry ice powder against the surface of an object to be cleaned with a high-speed air flow. A cleaning device is provided with the cold insulation container, the pulverizer of the dry ice pellets, a control means 3 of the feed speed of the dry ice pellet to the pulverizer, an air compressor 4, a portable nozzle 5 for ejecting the dry ice powder, and a control means 6 of the pressure or flow rate of air to be fed to the nozzle.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 14.10.1998

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3030287

[Date of registration] 04.02.2000

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-119840

(P2000-119840A)

(43) 公開日 平成12年4月25日 (2000. 4. 25)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	マーク* (参考)
C 2 3 C	14/00	C 2 3 C	B 4 K 0 2 9
	14/34		Z 4 K 0 3 0
	16/44		J

審査請求 有 請求項の数 4 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平10-287814

(22) 出願日 平成10年10月9日 (1998. 10. 9)

(71) 出願人 595009763

株式会社協同インターナショナル

神奈川県川崎市宮前区宮崎2丁目10番9号

オーミヤ宮崎台ビル

(72) 発明者 三浦 智徳

神奈川県川崎市宮前区宮崎2丁目10番9号

オーミヤ宮崎台ビル 株式会社協同インターナショナル内

(74) 代理人 100104754

弁理士 石川 英毅

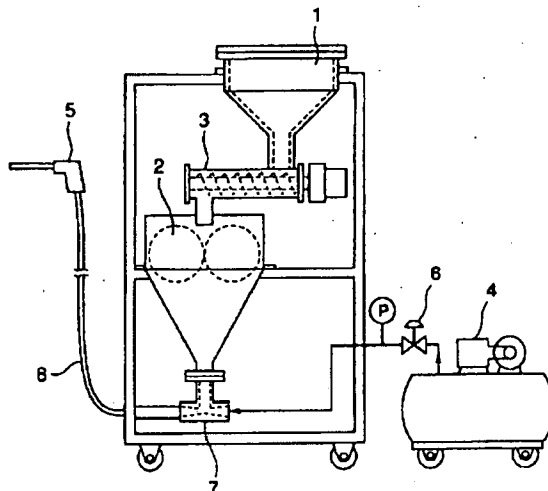
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 成膜装置のクリーニング方法、スパッタリングターゲットのクリーニング方法及びこれらに使用するクリーニング装置

(57) 【要約】

【課題】 成膜装置のチャンバー内壁、その部品又はスパッタリングターゲットの表面に付着した汚れを、対象物にダメージを与えることなく、乾式で効率良くクリーニングする手段を提供する。

【解決手段】 保冷容器から所定速度で供給されたドライアイスペレットを破砕機で破砕して粒径0.5 mm以下のドライアイス粉末を製造する工程と、該ドライアイス粉末を高速気流によりクリーニング対象物の表面に吹き付ける工程とを有する成膜装置又はスパッタリングターゲットのクリーニング方法。また、保冷容器とドライアイスペレットの破砕機と、該破砕機へのドライアイスペレットの供給速度の制御手段と、空気コンプレッサーと、可搬式のドライアイス粉末噴射用ノズルと、該ノズルへの供給空気圧又は空気流量の制御手段とを有するクリーニング装置。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 薄膜形成装置、薄膜加工装置等の真空又は常圧で使用するチャンバーの内壁面やチャンバー内装置部品の表面に付着した汚れを除去する方法であって、保冷容器から所定速度で供給されたドライアイスペレットを破碎機で破碎して粒径0.5mm以下のドライアイス粉末を製造する工程と、該ドライアイス粉末を高速気流によりクリーニング対象物であるチャンバーの内壁面又はチャンバー内の装置部品の表面に吹き付けて、その表面の付着物を除去する工程とを有することを特徴とする成膜装置のクリーニング方法。

【請求項2】 前記クリーニング対象物が、エッチング装置の部品又は部材であって、その表面に陽極酸化被膜を有するアルミニウム製品である請求項1記載の成膜装置のクリーニング方法。

【請求項3】 PVD装置の焼結体からなるスパッタリングターゲットのクリーニング方法であって、保冷容器から所定速度で供給されたドライアイスペレットを破碎機で破碎して粒径0.5mm以下のドライアイス粉末を製造する工程と、該ドライアイス粉末を高速気流により前記スパッタリングターゲットの表面に吹き付ける工程とを有することを特徴とするスパッタリングターゲットのクリーニング方法。

【請求項4】 薄膜形成装置、薄膜加工装置等の真空又は常圧で使用するチャンバーの内壁面、チャンバー内装置部品の表面又はスパッタリングターゲットの表面をクリーニングするために用いる装置であって、ドライアイスペレットの保冷容器と、ドライアイスペレットの破碎機と、該破碎機へのドライアイスペレットの供給速度を制御する手段と、空気コンプレッサーと、可搬式のドライアイス粉末噴射用ノズルと、該ノズルに供給する空気の圧力又は流量を制御する手段とを有することを特徴とするクリーニング装置。

【請求項5】 前記ドライアイスペレットの破碎機が、表面が波形又は歯形の一対の破碎ロールを有する2軸式ロールミルである請求項4記載のクリーニング装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、PVD、CVD法等の薄膜形成装置、ドライエッチング法、CMP法、スピニングコート法等による薄膜加工装置のチャンバーの内壁面及びチャンバー内装置部品の表面の汚れを除去するための成膜装置のクリーニング方法、PVD装置のスパッタリングターゲットのクリーニング方法及びこれらに用いるクリーニング装置に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 半導体メモリ、センサー、液晶ディスプレイ等の電子デバイスの製造工程においては、薄膜形成、薄膜加工等の成膜処理が多用される。かかる成膜工程においては、高度の清浄環境が必要なため、真空又は

常圧のチャンバーが使用されるが、蒸着粒子等によるチャンバー内の汚れが問題になる。

【0003】 例えば、PVD、CVD等の薄膜形成においては、チャンバー内壁面や基板の固定・搬送治具等の部品に蒸着粒子が付着・堆積する。またドライエッチング法による薄膜加工においても、エッチングによる反応生成物がチャンバー内に付着・堆積する。このような付着物が剥離・飛散して、チャンバー内雰囲気的清浄度を低下させるため、チャンバーや装置部分の定期的なクリーニングが不可欠になっている。

【0004】 また、スピニングコート法による有機物の成膜においても、高速回転する基板から飛散した粒子によるチャンバーの汚れが問題となり、化学的機械研磨工程（CMP）においても、研磨材の飛散によるチャンバーの汚れが問題となるため、定期的なクリーニングが必要である。

【0005】 さらに、PVD装置（とくにスパッタリング装置）で使われるスパッタリングターゲットの中には、使用中経時変化を起こすため、性能回復を目的としたクリーニング（中間メンテナンス）を必要とするものがある。

【0006】 従来一般的なクリーニング方法には、薬液や水を用いて洗浄する湿式クリーニング法と、活性ガスを用いて付着物を分解・除去する乾式クリーニング法がある。湿式クリーニング法は、チャンバーを開放して水や薬液（酸や有機溶剤）を用いて汚れを拭き取り、又は必要に応じて部品を外して、別の場所で薬液で洗浄する方法である。しかし、この方法では常に排水処理が必要となり、その設備上、環境管理上の負担が過大になっている。

【0007】 湿式クリーニングに先立って、ガラスビーズ等によるショットブラストや液体ホーニング等の方法により、付着物を除去する場合もある。しかし、これらの方法では十分にクリーニングしようとすると、被洗浄物の表面にダメージを与えることが多く、そのため適用対象が限定されるか、或いは予備的なクリーニングにしか適用できず、多くの場合最終的には湿式クリーニングに頼らざるをえないのが現状である。

【0008】 乾式クリーニング法は、弗素系、塩基系の活性ガスをチャンバー内に導入し、付着物と反応させて分解・除去をするものであるが、付着物の種類や装置の構造によっては適用が困難な場合が少なくない。また、狭隙部など汚れが除去しにくい部分があって完全なクリーニングが難しいという問題がある。さらに活性ガスの人体への影響を避ける必要があり、作業環境上の問題も無視しえないため、より安全かつ確実な乾式クリーニング法が望まれている。

## 【0009】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、上記のような従来技術の問題点を鑑み、排水処理を必要としない乾

式クリーニング法であって、付着物の種類や装置構造に依存せず、如何なる種類の成膜装置にも適用しうるチャンパー内壁、その部品及びスパッタリングターゲットの表面をクリーニングする手段を提供することを目的とする。

【0010】また本発明は、被洗浄物にダメージを与えることなく汚れを完全に除去することができ、かつ従来の乾式クリーニングのように侵食性ガスを使用しない安全かつ確実な乾式クリーニングの手段を提供することを目的とする。

【0011】

【課題を解決するための手段】上記の課題を解決するため、本発明者らはドライアイスによるショットブラスト法に着目した。従来から塗装膜や金型離型剤等を除去する手段の一つとして、ドライアイスブラスト法が知られており、この方法はブラストしたショット材が気化消失するため、ショット材の回収を要しないという利点を有する。

【0012】しかし、ドライアイスはショット材としては硬度が小さく、研磨力が弱いと、比較的大きい粒子が用いられている。市販のアイスブラスト装置では、粒径 $3\phi \times 5 \sim 10$ mm程度のドライアイスペレットをショット材として用いるのが一般的である。このような粒径の大きいドライアイスをショット材として用いると、クリーニング対象物表面にダメージを与えるおそれがあり、かつ狭い凹部の付着物が除去されにくいと、この方法が成膜装置のクリーニングに適用されたという事例はない。

【0013】本発明者らは鋭意研究の結果、

- ①ドライアイス粒子の粒度を適正に選択すれば、クリーニング対象物表面のダメージがほとんどないこと、
- ②ペレットを破碎して得たドライアイスの粒子は角張った形状を有し、粒径が小さくてもクリーニング速度を大きくしうること、
- ③粒径が細かければ、狭い凹部でも十分クリーニングしうることなどを発見し、本発明を完成させた。

【0014】本発明に係る成膜装置のクリーニング方法は、薄膜形成装置、薄膜加工装置等の真空又は常圧で使用するチャンパーの内壁面やチャンパー内装置部品の表面に付着した汚れを除去する方法であって、保冷容器から所定速度で供給されたドライアイスペレットを破碎機で破碎して粒径0.5mm以下のドライアイス粉末を製造する工程と、該ドライアイス粉末を高速気流によりクリーニング対象物であるチャンパーの内壁面又はチャンパー内の装置部品の表面に吹き付けて、その表面の付着物を除去する工程とを有することを特徴とする成膜装置のクリーニング方法である。

【0015】また、前記クリーニング対象物が、エッチング装置の部品又は部材であって、その表面に陽極酸化被膜を有するアルミニウム製品である上記の成膜装置の

クリーニング方法である。

【0016】本発明に係るスパッタリングターゲットのクリーニング方法は、PVD装置の焼結体からなるスパッタリングターゲットのクリーニング方法であって、保冷容器から所定速度で供給されたドライアイスペレットを破碎機で破碎して粒径0.5mm以下のドライアイス粉末を製造する工程と、該ドライアイス粉末を高速気流により前記スパッタリングターゲットの表面に吹き付ける工程とを有することを特徴とするスパッタリングターゲットのクリーニング方法である。

【0017】また、本発明に係るクリーニング装置は、薄膜形成装置、薄膜加工装置等の真空又は常圧で使用するチャンパーの内壁面、チャンパー内装置部品の表面又はスパッタリングターゲットの表面をクリーニングするために用いる装置であって、ドライアイスペレットの保冷容器と、ドライアイスペレットの破碎機と、該破碎機へのドライアイスペレットの供給速度を制御する手段と、空気コンプレッサーと、可搬式のドライアイス粉末噴射用ノズルと、該ノズルに供給する空気の圧力又は流量を制御する手段とを有することを特徴とするクリーニング装置である。

【0018】さらに、前記ドライアイスペレットの破碎機が、表面が波形又は歯形の一対の破碎ローラーを有する2軸式ロールミルである上記のクリーニング装置である。

【0019】

【発明の実施の形態】図1は本発明の実施例であるクリーニング装置の構成を示す説明図である。この装置は、ドライアイスペレットを収容する保冷容器1と、ドライアイスペレットの破碎機2と、スクリュフィーダ3と、空気コンプレッサー4と、可搬式のドライアイス粉末噴射用ノズル5と、圧力調節弁6等から構成されている。

【0020】スクリュフィーダ3は破碎機2へのドライアイスペレットの供給速度を調節するためのもので、他の形式の供給装置、例えばロータリーフィーダ等を用いても差支えない。破碎機2から排出されたドライアイス粉末は、固気混合器7で気流に同拌され、フレキシブルホース8と噴射用ノズル5を経由して、クリーニング対象物表面に吹き付けられる。

【0021】なお、図1の例では、固気混合器7は破碎機2の直下に設置されているが、これが噴射用ノズル5のホルダーの内部に配置されていても差支えない。この場合、空気用及びドライアイス搬送用の2本のフレキシブルホースを配し、エジェクターにより吸引するか又は加圧空気の一部を分流させて、ドライアイス粉末を搬送すればよい。

【0022】本発明のクリーニング方法の特徴は、保冷容器1から所定の速度で供給されたドライアイスペレットを破碎機2で破碎して粒径0.5mm以下のドライ

イス粉末にした後、これをクリーニング対象物であるチャンバーの内壁面、チャンバー内装置部品の表面又はスパッタリングターゲットの表面にショットブラストすることにある。

【0023】ショット材であるドライアイス粉末の粒径を0.5mm以下に制限する理由は、より大きな粒径例えば1mm以上では、後記の実施例に示すように、クリーニング後の対象物表面の粗度が大きくなることが知られ、表面に与える物理的なダメージが無視しえなくなると考えられるためである。また、破碎機2で破碎された直後のドライアイス粉末粒子は角張った形状を有しており、そのため粒径を0.5mm以下にしても、これが1mm以上の場合と比較して、そのクリーニング効果にほとんど差がないことが見出されたためである。

【0024】本発明に用いる破碎機は、表面が波形又は歯形の1対の破碎ロールを有する2軸式のロールミルであることが望ましい。図2は、本実施例に用いた破碎機の説明図で、図2(a)は平面概要図、図2(b)は図2(a)のX-X断面の概要図、図2(c)は図2(a)のA部拡大図、図2(d)は図2(b)のB部拡大図である。

【0025】この破碎機は、一対の短胴円筒形の破碎ロール9a、9bがそれぞれ軸受10a、10bで支持され、両ロールが連動ギア11で連結されて等速で回転する2軸式のロールミルである。破碎ロール9a、9bの表面は、図2(c)、図2(d)に示すように、周方軸及び軸方向にそれぞれ所定のピッチで波形の加工が施され、この波形が互いに噛み合っており、協働破碎する形式のミルである。ロール間隔1が最大で0.5mmになるように軸受10a、10bの位置を調整することにより、破碎後のドライアイスの粒径をほぼ確実に0.5mm以下にすることができる。

【0026】なお、破碎ロール9a、9bの表面の波形は、山と山、谷と谷の位置が一致する形式であってもよい。この場合は、谷と谷の間隔が0.5mm以下になるように、軸受10a、10bの位置を調整すればよい。

【0027】本発明において、上記のような波形又は歯形のロール（いわゆる文目ロール）の2軸ミルを用いることが望ましい理由は、破碎後の粒径が確実に所定の値以下になること、角張った形状の粒子を得やすいこと、所要スペースが小さいこと及び一過式の破碎方式で供給速度と排出速度が常に一致していること等のためである。

【0028】本発明の方法によるクリーニングの対象物としては、各種のPVD装置（例えば真空蒸着装置、スパッタリング装置、イオンプレーティング装置など）、CVD装置（例えば熱CVD装置、プラズマCVD装置など）及び各種の物理的・化学的機構に基づくドライエッチング装置のチャンバー内壁面、チャンバー内の各種の装置部品（例えば基板、ターゲット、蒸発皿等の固定・搬送具、プラズマや電子ビームの発生・制御装置の部

材、絶縁用部材、防着板）の表面やスパッタリングターゲットの表面等があげられる。

【0029】同様に本発明の方法は、スピンコーターの部品（例えばレジストカップや基板把持具など）やCMP装置の部品（例えばリテーナリングなど）の付着物の除去にも好適である。上記のような各種の装置部品は、通常は取外し可能であるから、チャンバー外においてクリーニングすることができる。また、チャンバー内壁面や取外し困難な部品は、チャンバーを開放し現設位置でクリーニングすることができる。

【0030】本発明のクリーニング方法における操作条件、例えばドライアイス噴射用ノズルの内径、圧縮空気圧力（又は流量）、ドライアイスペレットの供給速度やクリーニング時間等は、クリーニング対象物の種類や、付着物の性状等により適宜選択すればよい。通常は、ノズルスロット径を4～9mm、圧縮空気圧力を1.0～6.0×10<sup>5</sup>Pa（ゲージ圧）、ドライアイスペレット供給速度を0.2～2.0kg/min程度とする。また、通常は目視によりクリーニングの完了を判定できるので、オーバークリーニングにならないように作業者が適宜クリーニング時間を調節すればよい。

【0031】装置部品によっては、角張った凹みを有するもの、開口部が数mm以下の凹みを有するものや、小径の多孔板（例えば、プラズマエッチング装置の電極板）からなるものがある。かかる部品をクリーニングする場合には、破碎後のドライアイス粉末は粒径0.3mm以下のものが50%以上であることが望ましい。さらに好ましくは、粒径0.3mm以下のものを90%以上にする。

【0032】本発明のクリーニング方法は、排水処理を要しない乾式クリーニングであること、クリーニング対象物のダメージや汚染がほとんどないこと、作業時間を短縮しうること及び作業環境や安全上の問題がないこと等の優れた特徴を有する。

【0033】さらに本発明の方法は、下記の二つのクリーニング対象物に関して特に有効である。

(1)陽極酸化被膜を有するアルミニウム製部品又は部材：成膜装置のチャンバーやその部品の表面材として、軽量で重金属汚染のないアルミニウム又はアルミニウム合金材が用いられることが多いが、エッチング装置においては、エッチングガスによる腐食を避けるため、表面に陽極酸化処理（アルマイト処理）を施したアルミニウム系材料が用いられる。

【0034】このアルマイトの表面には、エッチングの反応生成物であるCF系汚染物質が付着し定期的なクリーニングを必要とするが、汚染物質が強固に付着している場合が多く、従来は溶剤中に浸漬して手磨きする湿式クリーニング法が一般に行われている。

【0035】しかし、従来の洗浄方法の作業工程は、溶剤浸漬→手磨き→洗浄度判定→（再手磨き）→中和洗浄→

純水洗浄となり、作業時間が長かつ排水処理を必要とする等作業上の負担が大きいだけでなく、手磨きでアルマイト被膜にダメージを与えるため、部品・部材の寿命が短縮されることも少くなかった。

【0036】これに対して本発明のクリーニング方法によれば、作業工程はドライアイスブラストのみで、排水処理を必要とせず、クリーニングの作業時間を大幅に短縮することが可能となった。また、後記の実施例に示すように、アルマイト被膜にほとんどダメージを与えることなくクリーニングすることが可能となった。

【0037】(2)焼結体からなるスパッタリングターゲット：スパッタリング装置のスパッタリングターゲットには、各種の金属、非金属が用いられるが、とくにこれが酸化物、炭化物、窒化物等の焼結体の場合には、経時的に表面組成が変化し、或いは組織の内部成長によるノジュールが発生する。これらは生成する薄膜の特性を著しく劣化させるため、スパッタリングターゲットの再生クリーニングがきわめて重要である。

【0038】従来このクリーニングは、手作業で物理的に表面の異物を削り取るのが一般的で非常の手間のかかる作業となっていた。また、手磨き時にボア内部に異物が混入する等の理由から、作業員間のバラツキが大きく、クリーニング後のスパッタ膜の品質が安定しないという問題があった。

【0039】これに対して、本発明のクリーニング方法

ロール間隔 $t$ (mm)	0.5	1.0	1.5	2.0	3.0
表面粗さ $R_a$ (Å)	20,000	26,500	30,000	33,000	34,500

【0043】ロールミルで破碎した後のドライアイスの粒径分布は測定していないが、上記のロール間隔  $t$  は、ほぼドライアイス粒子の最大粒径に対応する。表1に見られるように、 $t$  が大きいほど表面粗さが大きくなり、とくに  $t$  が 0.5 mm の時と 1.0 mm の時ではかなりの差がある。したがって、クリーニング対象物表面のダメージを軽減するためには、ドライアイス粉末の粒径を 0.5 mm 以下にする必要があると考えられる。

【0044】また、スパッタリング装置のアルミニウム製部品の表面の付着物を除去するに際して、上記のロール間隔  $t$  を 0.5、1.0、2.0 mm の3段階に変えて、クリーニング所要時間を比較した。ブラスト条件は上記と同じにし、径 20 cm の円形の平滑な部品表面をクリーニングするに要した時間は、 $t$  が上記のいずれの場合にも約 1.5 分であった。この結果から、クリーニング所要時間に対するドライアイス粒径の影響は小さいことが確かめられた。

によれば、作業時間が大幅に短縮されるだけでなく、後記の実施例に示すように、クリーニング後のターゲットの表面をほぼ使用前の状態に回復させることができ、そのためクリーニング後のスパッタリングの立ち上げ時間が短縮され、かつスパッタ膜の品質を安定させることが可能となった。

【0040】

【実施例】(実施例1) クリーニング対象物表面の物理的なダメージに対するドライアイス粒径の影響を評価するため、以下の試験を行った。図1及び図2に示すような装置を用い、ロールミルのロール間隔  $t$  を、0.5、1.0、1.5、2.0、3.0 mm の5段階に変えて、同一条件で供試材表面にドライアイス粒子をブラストし、ブラスト前後の表面粗さを比較した。

【0041】供試材は純Al板で、表面粗さは約 700 Å 一定とした。ブラスト条件は、ノズルスロット径 9 mm、固気混合器前の空気圧力  $4.5 \times 10^5$  Pa (ゲージ圧)、ドライアイスペレット供給速度約 1.0 kg/mim、ブラスト時間 15 秒とし、Al板表面 50 mm の距離からほぼ直角にブラストした。ブラスト後のAl板の表面粗さ ( $R_a$ ) を、触針式表面粗さ計で測定した結果を表1に示す。

【0042】

【表1】

【0045】(実施例2) エッチング装置のアルマイト被膜付き部品の表面に付着したCF系汚染物質を、本発明の方法によりクリーニングし、クリーニング前後の表面状態及びアルマイト被膜の厚みの変化を調査した。クリーニングの条件は、実施例1で  $t = 0.5$  mm とした場合とほぼ同様で、クリーニングの完了は目視判定によった。クリーニング時間は、汚染部の表面積 100 cm<sup>2</sup> に対して約 1 分であった。

【0046】クリーニング前後で、アルマイト表面のC、F、Al等の元素の化学結合状態を、X線光電子分光分析器 (ESCA) で定性分析した結果を表2に示す。なお、使用したESCAは英国VG社製のESCALAB MARK 2で、励起X線源はAlK $\alpha$ 線、取出し角度 90 度、分析領域約 5 mm  $\phi$  とした。

【0047】

【表2】

元素	クリーニング前	クリーニング後
C	C-C(炭素汚染Cを含む) および-CF <sub>2</sub> 、-CHF <sub>2</sub> 、-CF <sub>3</sub> 、-CF <sub>2</sub> 系主体 (一部C-O、C=Oを含む可能性あり)	C-C(炭素汚染Cを含む)主体 C-O、C=Oもしくは-CF
F	C-F系主体、一部Al-F	Al-F 主体
Al	Al-F 主体	Al-F、Al-O

【0048】表2に見られるように、アルマイト被膜表面のCの結合状態は、クリーニング前はC-C及びC-F系が主体であるのに対して、クリーニング後はC-C系が主体になっている。また、Fの結合状態は、クリーニング前はC-F系が主体で一部Al-Fが含まれるのに対して、クリーニング後はAl-Fが主体になっている。

【0049】このように、本発明のクリーニング方法によりアルマイト被膜表面のC-F系汚染物質をほとんど除去することができ、その後のエッチング処理に支障がない程度にアルマイト被膜表面をクリーニングしうることが確かめられた。

【0050】また、クリーニング前後で、アルマイト被膜の表面付近から顕微鏡試料を採取して、被膜厚みの変化を測定した。その結果、硫酸系アノダイズ膜では、クリーニング前のアノダイズ層の平均厚みが82.3μm、クリーニング後も82.3μmで全く厚みの変化が認められなかった。磷酸系アノダイズ膜では、クリーニング前の平均厚みが25.3μm、クリーニング後が24.5μmで、アノダイズ層の厚みの減少は1μm以下であり、本発明のクリーニング方法によるアルマイト被膜への物理的なダメージはほとんどないことが確かめられた。

【0051】(実施例3)スパッタリング装置のテフロン製絶縁リングを、本発明の方法によりクリーニングし、従来法と作業時間及びクリーニング後の絶縁リングの表面状態を比較した。クリーニング対象の絶縁リングは、内径約100cm、高さ5cmのもので、汚れがほぼ同程度のものについて比較した。

【0052】本発明法は、実施例2とほぼ同じ条件でドライアイスブラストしたもので、クリーニング所要時間はリング1個につき約2分であった。クリーニング後の絶縁リングの表面を目視観察した結果、汚れの残痕やショット材の打痕はほとんど認められなかった。

【0053】これに対して従来法は、スコッチブライトをクリーニング材として手磨きした場合で、クリーニング所要時間はリング1個につき約30分であった。また、クリーニング後のリング表面には、部分的に磨きブラシによる条痕や汚れの残痕が認められた。以上の結果から、本発明のクリーニング方法では作業時間が大幅に短縮され、かつテフロンに傷をつけることなく確実にクリーニングしうることが確かめられた。

【0054】(実施例4)スピンコーターのレジストカップの内面に付着したフォトレジストを本発明の方法に

よりクリーニングした。クリーニング対象のカップは、ステンレス製の内径約25cm、高さ10cmのもので、その内面に合成樹脂を主成分とするネガレジスト材が付着固化しているものである。

【0055】実施例1〜3と同じ装置を用い、0.5mm以下に破碎したドライアイス粒子を、空気圧力3.0×10<sup>5</sup>Pa(ゲージ圧)、ドライアイスベレット供給速度約0.5kg/mimでショットブラストした結果、クリーニング時間約10分で、目視判定上内面に付着物が全く認められない程度にクリーニングされた。

【0056】従来、レジストカップのクリーニングは、有機溶剤を多量に使用するため、専用の洗浄槽、換気設備、排液処理設備等が必要となり、設備上・作業環境上の負担が過大になっていたが、本発明によりきわめて簡単にレジストカップをクリーニングすることが可能になった。

【0057】(実施例5)液晶デバイスの透明電極膜の製造に用いられる、ITO(Indium-Tin Oxide)焼結体からなるスパッタリングターゲットのクリーニングに本発明の方法を適用し、クリーニング前後のターゲットの表面性状及びクリーニング後のスパッタリング特性を調査した。

【0058】所定時間スパッタリングに使用したITOターゲットに、実施例2と同様の条件でドライアイス粉末をブラストした。クリーニング所要時間は13×38cmのターゲットで約10分であった。使用前、使用後(クリーニング前)及びクリーニング後のITOターゲットの表面をX線光電子分光法(XPS)で定量分析した結果の例を表3に示す。

【0059】同表に見られるように、スパッタリング使用前後でターゲット表面の組成が大幅に変化しているのに対して、クリーニング後の組成はおおよそ使用前の組成に近づいている。また、走査電子顕微鏡(SEM)での観察によれば、クリーニング後はターゲット表面の瘤状小結節(ノジュール)への付着物が除去されており、その結果クリーニング後のスパッタレートが向上することが確かめられた。

【0060】

【表3】



(相対原子濃度%)

元素	使用前	使用后	クリーニング後
C	35.6	20.4	39.6
I n	18.9	24.8	22.0
S n	2.2	3.0	2.2
O	42.4	47.1	38.9
S i	0.8	4.6	0.8
N	0.1	0.1	0.5

【0061】また、手磨きによる従来の再生クリーニングでは、再生直後のITO膜の特性が不安定で、予備スパッタリングを十分行った後本格成膜に入るのが通例であるが、本発明のクリーニング方法によれば、かかる予備スパッタリングの時間を大幅に短縮しても、特性良好なITO膜が得られることが確められ、スパッタリング立上げ時間の短縮が可能になった。

【0062】

【発明の効果】本発明により、各種成膜装置のチャンバの内壁、その装置部品やスパッタリングターゲットの表面を効率良くクリーニングすることが可能になった。本発明のクリーニング方法は、排水処理を要しない乾式クリーニングであること、クリーニング対象物のダメージや汚染がほとんどないこと、作業時間を短縮しうること及び作業環境や安全上の問題がないこと等の多くの優れた効果を有する。

【0063】また、アルマイト被膜を有するアルミニウム製部品又は部材のクリーニングに本発明の方法を適用することにより、作業工程・作業時間が大幅に短縮され

るだけでなく、アルマイト被膜に全くダメージを与えることがなくクリーニングすることができ、装置部品の寿命延長が可能になった。

【0064】さらに、焼結体からなるスパッタリングターゲットのクリーニングに本発明の方法を適用することにより、ターゲット表面をほぼ使用前の状態の回復させることができ、これによりクリーニング後のスパッタリング立上げ時間の短縮やスパッタ膜品質の安定化が可能になった。

【図面の簡単な説明】

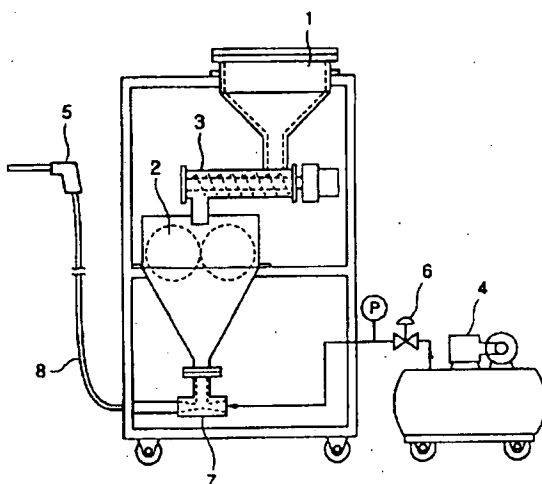
【図1】本発明の実施例であるクリーニング装置の構成を示す説明図である。

【図2】本実施例に用いた破碎機の説明図である。

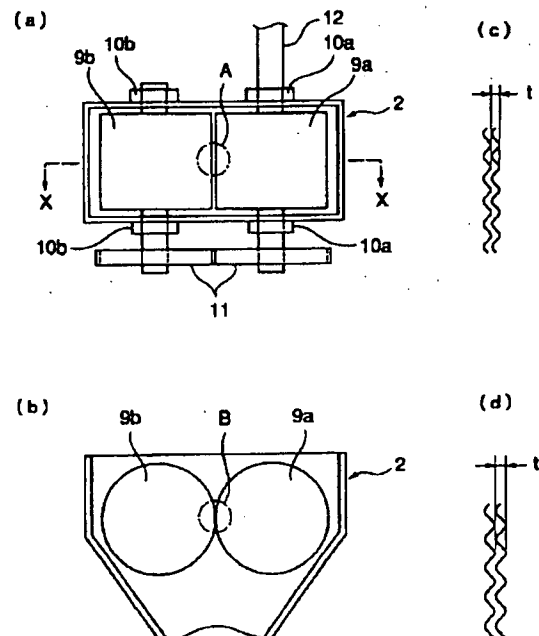
【符号の説明】

- 1 保冷容器
- 2 破碎機
- 3 スクリューフィーダ
- 4 空気コンプレッサ
- 5 ドライアイス粉末噴射用ノズル
- 6 圧力調節弁
- 7 固気混合器
- 8 フレキシブルホース
- 9 a, 9 b 破碎ロール
- 10 a, 10 b 軸受
- 11 連動ギヤ
- 12 駆動軸
- t ロール間隔

【図1】



【図2】



## 【手続補正書】

【提出日】平成11年12月8日(1999.12.

8)

## 【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】薄膜形成装置又は薄膜加工装置の真空又は常圧で使用するチャンバーの内壁面又はチャンバー内装置部品の表面に付着した汚れを除去する方法であって、保冷容器から所定速度で供給されたドライアイスペレットを表面が波形又は歯形の一対の破碎ロールを有する2軸式ロール破碎機で破碎して粒径0.5mm以下のドライアイス粉末を製造する工程と、破碎後直ちに該ドライアイス粉末を高速気流に同伴させてクリーニング対象物であるチャンバーの内壁面又はチャンバー内の装置部品の表面に吹き付けて、その表面の付着物を除去する工程とを有することを特徴とする成膜装置のクリーニング方法。

【請求項2】前記クリーニング対象物が、エッチング装置の部品又は部材であって、その表面に陽極酸化被膜を有するアルミニウム製品である請求項1記載の成膜装置のクリーニング方法。

【請求項3】PVD装置の焼結体からなるスパッタリングターゲットのクリーニング方法であって、保冷容器から所定速度で供給されたドライアイスペレットを表面が波形又は歯形の一対の破碎ロールを有する2軸式ロール破碎機で破碎して粒径0.5mm以下のドライアイス粉末を製造する工程と、破碎後直ちに該ドライアイス粉末を高速気流に同伴させて前記スパッタリングターゲットの表面に吹き付ける工程とを有することを特徴とするスパッタリングターゲットのクリーニング方法。

【請求項4】薄膜形成装置又は薄膜加工装置の真空又は常圧で使用するチャンバーの内壁面、チャンバー内装置部品の表面又はスパッタリングターゲットの表面をクリーニングするために用いる装置であって、ドライアイスペレットの保冷容器と、表面が波形又は歯形の一対の破碎ロールを有する2軸式ロール破碎機と、該破碎機へのドライアイスペレットの供給速度を制御する手段と、空気コンプレッサーと、可搬式のドライアイス粉末噴射用ノズルと、該ノズルに供給する空気の圧力又は流量を制御する手段とを有することを特徴とするクリーニング装置。

## 【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0014

【補正方法】変更

【補正内容】

【0014】本発明に係る成膜装置のクリーニング方法は、薄膜形成装置又は薄膜加工装置の真空又は常圧で使用するチャンバーの内壁面又はチャンバー内装置部品の表面に付着した汚れを除去する方法であって、保冷容器から所定速度で供給されたドライアイスペレットを表面が波形又は歯形の一対の破碎ロールを有する2軸式ロール破碎機で破碎して粒径0.5mm以下のドライアイス粉末を製造する工程と、破碎後直ちに該ドライアイス粉末を高速気流に同伴させてクリーニング対象物であるチャンバーの内壁面又はチャンバー内の装置部品の表面に吹き付けて、その表面の付着物を除去する工程とを有することを特徴とする成膜装置のクリーニング方法である。

## 【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0016

【補正方法】変更

【補正内容】

【0016】本発明に係るスパッタリングターゲットのクリーニング方法は、PVD装置の焼結体からなるスパッタリングターゲットのクリーニング方法であって、保冷容器から所定速度で供給されたドライアイスペレットを表面が波形又は歯形の一対の破碎ロールを有する2軸式ロール破碎機で破碎して粒径0.5mm以下のドライアイス粉末を製造する工程と、破碎後直ちに該ドライアイス粉末を高速気流に同伴させて前記スパッタリングターゲットの表面に吹き付ける工程とを有することを特徴とするスパッタリングターゲットのクリーニング方法である。

## 【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0017

【補正方法】変更

【補正内容】

【0017】また、本発明に係るクリーニング装置は、薄膜形成装置又は薄膜加工装置の真空又は常圧で使用するチャンバーの内壁面、チャンバー内装置部品の表面又はスパッタリングターゲットの表面をクリーニングするために用いる装置であって、ドライアイスペレットの保冷容器と、表面が波形又は歯形の一対の破碎ロールを有する2軸式ロール破碎機と、該破碎機へのドライアイスペレットの供給速度を制御する手段と、空気コンプレッサーと、可搬式のドライアイス粉末噴射用ノズルと、該ノズルに供給する空気の圧力又は流量を制御する手段とを有することを特徴とするクリーニング装置である。

## 【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0018

【補正方法】削除

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0028

【補正方法】変更

【補正内容】

【0028】本発明において、「薄膜形成装置又は薄膜加工装置」とは、各種のPVD装置（例えば真空蒸着装置、スパッタリング装置、イオンプレーティング装置など）、CVD装置（例えば熱CVD装置、プラズマCVD

D装置など）、各種の物理的・化学的機構に基づくドライエッチング装置、スピンコーター又はCMP装置をいう。本発明の方法は、上記のPVD装置、CVD装置及びドライエッチング装置のチャンバー内壁面、チャンバー内の各種装置部品（例えば基板、ターゲット、蒸発皿等の固定・搬送具、プラズマや電子ビームの発生・制御装置の部材、絶縁用部材、防着板）の表面やスパッタリングターゲットの表面のクリーニングに好適である。

フロントページの続き

(72)発明者 湯川 弘之

神奈川県川崎市宮前区宮崎2丁目10番9号  
オーミヤ宮崎台ビル 株式会社協同インターナショナル内

(72)発明者 村松 明夫

神奈川県川崎市宮前区宮崎2丁目10番9号  
オーミヤ宮崎台ビル 株式会社協同インターナショナル内

Fターム(参考) 4K029 DA09 DC01

4K030 KA49